# **EUROPEAN PATENT OFFICE**

# Patent Abstracts of Japan

**PUBLICATION NUMBER** 

06200273

**PUBLICATION DATE** 

19-07-94

APPLICATION DATE

28-12-92

APPLICATION NUMBER

04361388

APPLICANT: COSMO OIL CO LTD;

INVENTOR: KINOSHITA SHIGEJI;

INT.CL.

: C10M169/00 //(C10M169/00 , C10M101:02 , C10M105:32 , C10M113:16 ,

C10M129:34 , C10M129:42 ) C10N 30:02 C10N 30:08 C10N 30:10 C10N 30:12

C10N 40:02 C10N 50:10

TITLE

: LUBRICATING GREASE COMPOSITION

AdSTRACT: PURPOSE: To provide the subject compsn. which is suitable for bearifigs and has an

excellent heat resistance comparable to that of the conventional clay-based grease, a

long-stable consistency, and enhanced rustproofness.

CONSTITUTION: This lubricating grease compsn. is obtd. by compounding a grease comprising 42-96.9wt.% mineral or synthetic oil as the base oil and 3-40wt.% thickener

with 0.1-8wt.% dibasic acid salt.

COPYRIGHT: (C)1994, JPO& Japio

81 /11 #

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

06-200273

(43)Date of publication of application: 19.07.1994

(51)Int.CI.

C10M169/00 // (C10M169/00 C10M101:02 C10M105:32 C10M129:34 C10M129:34 C10M129:42 C10M 30:02 C10M 30:08 C10M 30:10 C10M 30:12 C10M 30:12 C10M 40:02

C10N 50:10

(21)Application number : 04-361388

(71)Applicant: COSMO SOGO KENKYUSHO:KK

COSMO OIL CO LTD

(22)Date of filing:

28.12.1992

(72)Inventor: ASAKAWA AKIRA

HOSOYA SHINICHIRO KINOSHITA SHIGEJI

## (54) LUBRICATING GREASE COMPOSITION

#### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide the subject compsn. which is suitable for bearings and has an excellent heat resistance comparable to that of the conventional clay- based grease, a long-stable consistency, and enhanced rustproofness.

CONSTITUTION: This lubricating grease compsn. is obtd. by compounding a grease comprising 42-96.9wt.% mineral or synthetic oil as the base oil and 3-40wt.% thickener with 0.1-8wt.% dibasic acid salt.

### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

# (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-200273

(43)公開日 平成6年(1994)7月19日

(51)Int.Cl.\* 識別記号 FΙ 厅内整理番号 技術表示箇所 C 1 0 M 169/00 9159-4H // (C 1 0 M 169/00 101:02 105:32 113:16 審査請求 未請求 弱求項の数1(全 6 貨) 最終頁に続く

(21)出願番号

(22)出願日

特與平4-361388

平成 4年(1992)12月28日

(71) 出製人 000130189

株式会社コスモ総合研究所

東京都港区芝浦 1丁目 1番 1号

(71)出願人 000105567

コスモ石油株式会社 東京都港区芝浦1丁目1番1号

(72)発明者 浅川 明

埼玉県学手市権現堂1134-2 株式会社コ

スモ総合研究所研究開発センター内

(72)発明者 細矢 慎一郎

埼玉県辛手市権現堂1134-2 株式会社コ

スモ総合研究所研究開発センター内

(74)代理人 弁理士 久保田 千賀志 (外1名)

最終買に続く

(54) 【発明の名称】 潤滑グリース組成物

## (57)【要約】

【目的】 ベアリングなどの軸受に好適な潤滑グリース 組成物であって、従来のクレイ系のグリースが有してい る程度の優れた耐熱性を有し、かつ長期間安定したちょ う度を保持し得るとともに、防錆性をも高めた潤滑グリ ース組成物を提供する。

【構成】 (a)鉱油または合成油である基油42~9 6. 9重量%と、(b)増ちょう剤3~40<u>重量</u>%とか らなるグリースに、(c)二塩基酸塩O.1~8重量% を配合する。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a)鉱油または合成油である基油42 ~96.9項量%と、

(b) 増ちょう剤3~40重量%とからなるグリース

(c)二塩基酸塩0.1~8項量%を配合してなる潤滑 グリース組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

に好適な、防錆性を高めた潤滑グリース組成物に関す る.

#### [0002]

【従来の技術】従来から多用されているグリースは、鉱 油や合成油を基油として、これに各種の増ちょう剤を配 合したものが一般的であり、増ちょう剤の種類により、 クレイ系、リチウム系、カルシウム系、ウレア系、ナト リウム系など種々のものが知られている。また、これら 各種のグリースに、防錆剤として、スルフォン酸塩、ナ フテン酸塩、ソルビタンエステルアミン、ソルビタンエ 20 ステルアミドを添加したものも知られている。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】ところで、グリース は、添加する増ちょう剤の種類によっては防銹性が劣 り、上記のクレイ系のグリースにおいても、耐熱性には 優れるものの、防錆性は、通常、劣っている。しかし、 上記のような従来の防錆剤を加えたグリースは、長期間 の使用により、ちょう度が低下し、グリースとして機能 しなくなることがある。このような実情下において、特 にベアリングなどの軸受に使用される潤滑グリースにあ 30 っては、優れた耐熱性と、優れた防錆性とを備え、かつ 長時間安定したちょう度を保持するものの開発が急務と されている。

【0004】そとで、本発明は、上記したクレイ系のグ リースが有している程度の優れた耐熱性を有し、かつ長 期間安定したちょう度を保持し得るとともに、防銷性を も高めた潤滑グリース組成物を提供することを目的とす る。

#### [00051

【課題を解決するための手段および作用】本発明者ら は、上記の目的を達成するために、研究を重ねた結果、 特開昭57-180698号公報に開示の、高温、高荷 ・重下で優れた潤滑性を示すグリースにおいて増ちょう剤 として使用されている二塩基酸のカルシウム塩を、通常 の増ちょう剤とともに加えたところ、優れた耐熱性とち ょう度安定性を保持しつつ、極めて優れた防錆効果を発 現することを見出し、本発明の潤滑グリースを提案する に至った。

【0006】すなわち、本発明の潤滑グリース組成物

重量%と、(b) 増ちょう剤3~40重量%とからなる グリースに、(c)二塩基酸塩 O.1~8 重量%を配合 してなることを特徴とする。

【0007】(a)成分である基油としては、鉱油また は合成油が使用できる。ただし、鉱油は、耐熱性の点で 若干劣るため、本発明では、合成油を使用するととが好 ましい。これら基油の粘度は、特に限定されず、所望の 製品グリースの硬さに応じて、例えば40℃において5 ~400cStの範囲内から適宜選択して使用すればよ 【産業上の利用分野】本発明は、ベアリングなどの軸受 10 い。基油の配合量は、増ちょう剤とともにグリースのち ょう度を決定することにより決まるが、多すぎると、グ リースのちょう度が軟らかくなりすぎ、逆に少なすぎる と、ちょう度が硬くなり、グリースとして働かなくなる ため、52~98. 9重要%とする。

> 【0008】上記の基油としての使用に適した合成油の 具体例としては、ポリオールエステル、カルボン酸エス テル〔例えば、アジビン酸、アゼライン酸、セバシン 酸、アルケニルコハク酸、フマール酸、マレイン酸など のカルボン酸をブチルアルコール、ヘキシルアルコー ル、2-エチルヘキシルアルコール。ペンタエリスリト ール、ジオクチルアルコールなどのアルコールでエステ ル化して得られるもの)、リン酸液状エステル、アルキ レン重合体〔例えば、ブロビレン、ブチレンなどの垂合 体)、アルキレンオキサイド重合体 (例えば、プロピレ ンオキサイドなどのアルキレンオキサイドを、水または エチルアルコールなどのアルコールの存在下で重合する ととにより得られる重合体)、アルキルベンゼン、ポリ フェニル [例えば、ピフェニル、トリフェニル]、アル キルピフェニルエーテル、シリコン頂合体「例えば、テ トラエチルシリケート、テトライソプロピルシリケー ト、テトラ(4ーメチルー2-テトラエチル)シリケー ト、ヘキシル(4-メチル-2-ペントキシ)ジシロキ サン、ポリ(メチル)シロキサン、ポリ(メチルフェニ ル) シロキサンなど] などを挙げることができ、これら は単独で、あるいは2種以上を混合して使用することが できる。なかでも、潤滑油性、高温における蒸発性、熱 安定性などの面で、エステル系の合成油が好ましい。

【0009】(b) 成分である増ちょう剤は、(a) 成 分である基油とともに本発明の潤滑グリース組成物にち 40 ょう度を付与するためのもので、配合量は、3~40重 団%、好ましくは8~20重量%とする。3重量%未満 であると、所望のちょう度が得られず、柔らかすぎの製 品グリースとなってしまい、40重量%より多いと、製 品グリースの潤滑性が低下してしまう。

【0010】上記の増ちょう剤としての使用に適した具 体例としては、との種の増ちょう剤として通常使用され ている石けん、複合石けん(ステアリン酸、マゼライン 酸などの2種類以上の石けん、あるいは塩の共品による もの)、テレフタラメート(Na-アルキルテレフタラ は、(a) 鉱油または合成油である基油52~96.9 SO メート)、有機ペントナイト、シリカ、アリルウレア、

81 /#1 # 而孫事莊莊寫**立**灵味: 9091 98 0690: ASU NAMOBH 14:21:1 -7 -90 ポリウレア、インダンスレン、フタロシアニン、亜硝酸 ボロン、フッ素化合物などが挙げられる。なかでも、使 用温度が高く、耐熱性が良好で、チクソトロピー性(容 易にゲルーゾル間での転化が生じる)などの面で、有機 ベントナイトが好ましい。

【0011】(c)成分である二塩基酸塩は、上記の増ちょう剤との共存下において、本発明の潤滑グリース組成物に防輸性を付与するためのものであり、配合配は、0.1~8重量%、好ましくは0.5~5重量%とする。0.1重量%未満であると、防錆効果が低下し、8 10重量%より多くても、それに見合う防錆効果の向上は得られず、経済的に不利となる。

【0012】本発明における二塩基酸塩は、炭化水素基と、該基に結合している2個のカルボキシル基とを有する有機化合物であり、特に、化1の分子式で示される二塩基酸の塩が、上記の増ちょう剤との共存下でより良好な防錆効果を発現する上で好ましい。

[0013]

(化1) HOOC (CH<sub>2</sub>), COOH  $(n=4\sim18)$ 

【0014】化1の分子式で示される二塩基酸の具体例は、アジビン酸、ビメリン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セパシン酸、ウンデカン二酸、ドデカン二酸、トリデカン二酸、テトラデカン二酸、ペンタデカン二酸、ヘブタデカン二酸、オクタデカン二酸、ノナデカン二酸、エイコサン二酸がある。とのうち、入手が容易で、経済的であるなどの面で、セパシン酸が好ましい。

【0015】上記の二塩基酸の塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩があり、経済性、防錆効果 30などの面で、ナトリウム塩が好ましい。

【0016】以上の(a)~(c)成分からなる本発明の潤滑グリース組成物は、必要に応じて、(c)成分以外の防錆剤、金属不活性化剤、腐食防止剤、極圧剤、構造安定剤、粘度指数向上剤、あるいは酸化防止剤や分散剤などの添加剤を配合し、グリース性能をさらに向上させることができる。

【0017】上紀の(c)成分以外の防錆剤の具体例と %)、極圧剤として炭酸がたては、石油スルホン酸のパリウム塩、各種金属(B a、Na、Ca、Mgなど)のシノニルナフタレンスル 40 【0022】製造釜内混合 点で、二塩基酸塩としても 属不活性化剤の具体例としては、ベンゾトリアゾールなどを、 60023】構造安定剤として、80023】構造安定剤として、80023】構造安定剤として、80023】構造安定剤としての具体 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(2重量%)投入しずる。製造釜の底が見える 40g(1.5重量% なった時点で、基油260以ブチレンなどを、それぞれ挙げることができる。本発 150~155℃に対 15分間この温度に保つ。

ととが好ましい。

【0018】上記の酸化防止剤や分散剤については、種類によっては、御滑グリースの使用箇所に錆を発生させることがあるため、本発明では、酸化防止剤としては、2.6ージーtーブチルーpークレゾール、4,4'ーメチレンピス(2.6ージーtーブチルフェノール)、ジオクチルジフェニルアミン、フェニルαーナフチルアミンなどを、分散剤としては、アセトン、メタノール、エタノール、プロピレン、カーボネイトなどを使用することが好ましい。

【0019】これらの任意の添加剤の配合量は、少なすぎるとこれら任意の添加剤を添加する技術的意義が生せず、多すぎると(c)成分である二塩基酸塩の効果を阻害することがあるため、本発明では、それぞれ、001~10 里量%とすることが好ましい。また、これら添加剤の添加時期は、ミル処理節に配合することが好ましい。すなわち、(a)成分である基油に(b)成分である増ちょう剤を分散させ、続いて(c)成分である二塩基酸の塩を添加する際に添加するか、もしくは(a)成20分と(b)成分とを混合分散させる際に添加し、続いて(c)成分を添加させ、これらの後ミル処理して本発明の潤滑グリース組成物を調製する。

【0020】なお、本発明の潤滑グリース組成物において、(b)成分である増ちょう剤として有機ベントナイトを使用すると、(c)成分である二塩基酸塩を配合する効果が特に顕著となる。

[0021]

【実施例】

実施例1

の 混合工程→冷却工程→ミリング工程→脱泡工程からなるグリースの製造工程に沿って、次のようにして潤滑グリース組成物を調製した。先ず、混合工程において、製造釜に、基油としてDOS(ディオクチルセパケート)を600g(30重量%)投入し、これに増ちょう剤として有機ベントナイト(NL Industries Inc. 製商品名 "ベントン27")を240g(12重量%)、分散剤としてメタノールを20g(1重量%)、極圧剤として炭酸カルシウム40g(2重量%)を加えて加熱撹拌する。

10 【0022】製造釜内混合物が40~45℃になった時点で、二塩基酸塩としてセパシン酸ナトリウムを20g(1重亜%)加え、基油を100g(5重量%)入れ、全体を均一系にして、80℃まで昇温する。

【0023】構造安定剤としてリン酸第二ナトリウムを40g(2重量%)投入し、80℃で約80分段拌混合する。製造釜の底が見えるほど粘調となった時点で、基油を30g(1.5重量%)加える。さらに、90℃になった時点で、基油260g(13重量%)を徐々に加え、150~155℃に昇温させ、水分除去のため、約15分間この温度に保つ。

5

【0024】次に、冷却工程において、冷却のために基 抽を500g(25重量%)加える。120℃まで降温した時点で、金瓜不活性剤としてベンソトリアゾールを0.6g(0.03重量%)を添加する。さらに、80℃まで降温した時点で、酸化防止剤としてジオクチルフェニルアミンを40g(2度量%)、構造安定剤としてリン酸第二ナトリウムを10g(0.5重量%)、基油を99.4g(4.87重量%)加え、約30分間攪拌後、ミリング工程へ移る。

【0025】ミリング工程では、コロイドミルによる処理に続いてロールミルによる処理を行ってグリース状とする。その後、脱泡工程にて、脱気し、本発明の潤滑グリース組成物を得る。このようにして得られた本発明の

\* [0026] 実施例2~3

基油、増ちょう剤、二塩基酸塩、他の添加剤の配合量 を、表1に示すように変える以外は、実施例1と同様に して、本発明の調滑グリース組成物を調製し、これらの 諸物性を表1に合わせて示す。

[0027]比較例1~2

[0028]

【表1】

潤滑グリース組成物の諮物性を表しに示す。

	実施例1	実施例 2	実施例3	
基油 (DOS)	79.47	<b>7</b> 8.97	76.97	
増ちょう剤 (有機ペントナイト)	12	12	12	
二塩基酸塩 (セパシン酸ナトリウム)	1. 0	1. 0	3. 0	
金属不活性剤 (ベンゾトリアゾール)	0.03	0.03	0.03	
極圧剤 (炭酸カルシウム)	2. 0	2. 0	2. 0	
構造安定剤 (リン酸第二ナトリウム)	2. 5	3. 0	3. 0	
酸化防止剤 (ジオクチルジフェニル アミン)	2. 0	2. 0	2. 0	
分散剤 (メタノール)	1. 0	1. 0	1. 0	
ちょう度 <sup>*1</sup> 泥和安定度 <sup>*2</sup> 軸受防錆試験 <sup>*3</sup> 軸受寿命試験(時間) <sup>*4</sup> 酸化安定性 <sup>*5</sup>	289 351 1, 1, 2 1000以上 0.3		290 845 1, 1, 1 1000以上 0. 3	
(kg/cm <sup>2</sup> )				

\*1:JISK2220により測定した。\*2:JISK2220により測定した。\*3:ASTMD1743により行った。\*4:ASTMD1741により行った。

\*5: JIS K2220により100℃, 100hrで測定した。

[0029]

	* * 【張2】	
	比較例 1	比較例2
基油 (DOP)	78.97	78.97
増ちょう剤 (有機ペントナイト)	12	12
防錆剤		
(Baスルフォネート)	1. 0	
(亜硝酸ソーダ)	<b>–</b>	1. 0
金属不活性剤 (ベンゾトリアゾール)	0.03	0.03
極圧剤 (炭酸カルシウム)	2. 0	2. 0
構造安定剤 (リン酸第二ナトリウム)	3. 0	3. 0
酸化防止剤 (ジオクチルジフェニル アミン)	2 0	2. 0
分散剤 (メタノール)	1. 0	1. 0
ちょう度*1	290	290
混和安定度*2	390	348
軸受防銷試験*3	3, 3, 3	1, 1, 1
和文分可成果 (時间)	750以上	1000以上
酸化安定性 <sup>*5</sup> (kg/cm <sup>2</sup> )	0. 3	0.8

\*1~5:表1と同じ

# [0030]

【発明の効果】以上詳述したように、本発明の潤滑グリ ース組成物によれば、クレイ系グリースと同程度の耐熱※

※性を保持するとともに、優れた防錆性をも有することが できる。また、本発明の潤滑グリース組成物によれば、 長期間使用しても、ちょう度が低下することがない。

フロントページの続き				
(51)Int.Cl. <sup>3</sup> C 1 0 M 129:34	識別記号	<b>庁内</b> 整理番号	FI	技術表示箇所
129:42) C 1 0 N 30:02				
30:08				
30:10				
30:12 40:02				

50:10

(72)発明者 木下 茂治 埼玉県幸手市権現堂1134-2 株式会社コ スモ総合研究所研究開発センター内

HEDWAN USA